

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, СЕРЕБРА И ПЛАТИНЫ В МИНЕРАЛЬНОМ СЫРЬЕ МЕТОДОМ ПРОБИНО-АТОМНО- ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Земцова Н.Н.

ОАО «Западно-Сибирский испытательный центр»

г. Новокузнецк, ул. Орджоникидзе, 9, факс 74-57-22, e-mail: zsic@mail.ru

Проведение поисковых геологоразведочных работ на благородные металлы неразрывно связано с необходимостью использования и совершенствования аналитических методов, имеющих низкие пределы обнаружения.

Основным методом точного определения количественного содержания благородных металлов в рудах и рудных концентратах является пробирная плавка. Однако при анализе бедных руд с содержанием золота менее 0,2 г/т, серебра менее 2 г/т при проведении пробирного анализа необходимо в 2-10 раз увеличить массу навески анализируемого вещества, что существенно затрудняет или делает невозможным проведение плавки.

Для анализа руд с низким содержанием золота, серебра, а так же при анализе платины и металлов платиновой группы используют пробирный анализ в комбинации с другими физическими и физико-химическими методами.

Методическая работа по определению благородных металлов в горных породах, рудах, продуктах их переработки состояла из двух этапов: выбора оптимального метода подготовки проб и оптимизации параметров проведения измерений.

Были опробованы следующие способы подготовки проб:

- кислотное разложение проб в герметичной емкости при температуре 140 °С;
- микроволновое разложение проб;
- пробирное концентрирование проб с последующим неполным купелированием.

Наилучшие результаты были достигнуты при пробирном концентрировании с последующим неполным купелированием. Микроволновое и кислотное разложение проб не обеспечивает необходимую воспроизводимость результатов анализа.

Свинцовый королек массой 0,5-2 грамма обрабатывали азотной кислотой и в полученном растворе определяли серебро атомно-эмиссионным методом. Не растворившийся остаток растворяли в смеси азотной и соляной кислот и в полученном растворе определяли золото, платину, а также остаточное количество серебра.

Определение золота, платины, серебра проводилось атомно-эмиссионным методом на спектрометре с индуктивно-связанной плазмой «iCAP 6300» («ThermoScientific», Англия). Интенсивности линий определяемых элементов регистрировались при следующих длинах волн: золота - при 242,8 нм, серебра - при 328,1 нм, платины - при 265,9 нм. Все исследования проводились с использованием стандартных образцов с аттестованным содержанием благородных металлов.

Разработан и внедрен метод определения золота, платины, серебра в горных породах, рудах, продуктах их переработки с нижним пределом обнаружения элементов 0,01 г/т.

Накоплен массив экспериментальных данных для разных диапазонов определяемых элементов.

Изучение химического состава минеральной части углей является актуальным для оценки их токсичности. К экологически опасным относятся следующие элементы: As, Hg, Be, V, Zn, Pb, Mo, U, F, Cl, Ni, Cr, Sb, B, Cu, Th, Ra.

Анализ литературных данных о распределении ртути в углях показывает, что ее содержание составляет порядка 0,1 г/т как в каменных, так и бурых углях. Вследствие высокой токсичности ртути и её соединений, а также практически полного ее перехода при сжигании углей в газовую фазу, изучение геохимии ртути в углях имеет первостепенное значение для охраны окружающей среды. Согласно литературным данным, вынос ртути в газовую фазу из высокотемпературной зоны топки составляет 98–99 %.

Методическая работа по определению ртути складывалась из двух этапов: выбора оптимального метода разложения угля и оптимизации параметров проведения измерений.

Были опробованы следующие способы разложения:

- кислотное разложение проб углей в калориметрической бомбе;
- микроволновое разложение проб углей;
- термическое разложение проб углей в герметичной емкости.

Наилучшие результаты были достигнуты при термическом разложении проб углей в герметичной емкости. Микроволновое разложение не обеспечивает необходимую экспрессность анализа, однако достигается высокая точность определений. При кислотном разложении проб углей в калориметрической бомбе наблюдается низкая воспроизводимость результатов анализа.

Pt, Pd, Au, Rh, Ru определялись атомно-абсорбционным методом на спектрофотометре фирмы Perkin-Elmer (модель 603) с электрометрической атомизацией в графитовой печи HGA-500 после специальной пробоподготовки.

Определение золота, платины, серебра проводилось атомно-эмиссионным методом на спектрометре с индуктивно-связанной плазмой «iCAP 6300» («Thermoscientific», Англия).

Метод пробирно-атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой определения золота, серебра, платины заключается в пробирном концентрировании благородных металлов в свинцовом сплаве, растворении сплава в кислотах, введении полученного раствора в виде аэрозоля в индуктивно-связанную плазму и измерении интенсивности аналитической линии определяемых элементов. Свинцовый королек обрабатывают азотной кислотой и в полученном растворе определяют серебро атомно-эмиссионным методом. Нерастворившийся остаток растворяют в смеси азотной и соляной кислот и в полученном растворе определяют золото и платину, а также остаточное количество серебра.

Оптимальным является определение ртути с использованием гидридной приставки. Метод основан на восстановлении ртути до атомарного состояния раствором хлорида олова (II). После смешения анализируемой пробы с реагентами в реакторе жидкая фаза матрицы удаляется, а исследуемая проба с потоком инертного газа транспортируется в виде выделившихся паров ртути в источник индуктивно-связанной плазмы. Регистрация интенсивности линий определяемых элементов осуществлялась золота при 242,8 нм, серебра при 328,1 нм, платины при 265,9 нм. Все исследования проводились с использова-

нием стандартных образцов с аттестованным содержанием благородных металлов.

Разработан и внедрен метод определения золота, платины серебра в минеральном сырье с нижним пределом обнаружения элементов 0,01 г/т.

Накоплен массив экспериментальных данных для разных диапазонов определяемых элементов.

Изучение отечественных и зарубежных литературных источников показало, что наиболее оптимальным способом отделения МПГ от пустой породы и сопутствующих примесей при анализе руд, хвостов обогащения руд и металлургических продуктов является пробирная плавка.